

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
21. Juli 2005 (21.07.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2005/066113 A1

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: C07C 209/84,  
211/50

(DE). STROEFER, Eckhard [DE/DE]; Karl-Kuntz-Weg  
9, 68163 Mannheim (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/000081

(74) Anwalt: ISENBRUCK, Günter; Isenbruck, Bösl,  
Hörschler, Wichmann, Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12,  
68165 Mannheim (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:  
7. Januar 2005 (07.01.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
10 2004 001 456.6 8. Januar 2004 (08.01.2004) DE

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,  
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,  
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,  
MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,  
PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM,  
ZW.

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];  
67056 Ludwigshafen (DE).

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,  
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,  
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,  
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL,  
PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KNÖSCHE, Carsten  
[DE/DE]; Am Gutenbrunnen 25, 67150 Niederkirchen  
(DE). SOHN, Martin [DE/DE]; Neudorferstr. 8a, 68229  
Mannheim (DE). PENZEL, Ulrich [DE/DE]; Winzer-  
gasse 12, 01945 Tettau (DE). PALLASCH, Hans-Jürgen  
[DE/DE]; Neugasse 23b, 67169 Kallstadt (DE). GEORGI,  
Gunter [DE/DE]; Dietrich-Hessmer-Platz 29A, 01979  
Lauchhammer (DE). MACKENROTH, Wolfgang  
[DE/DE]; Im Röhrich 77, 67089 Bad Dürkheim (DE).  
SCHWARZ, Hans Volkmär [DE/BE]; Kloosterstraat  
34, B-3090 Overijse (BE). MAIXNER, Stefan [DE/DE];  
Königsacker 53, 68723 Schwetzingen (DE). MOLZ,  
Gerald [DE/DE]; Weinstr. Süd 47, 67487 Maikammer

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR THE DISTILLATIVE RECOVERY OF TOLUYLENEDIAMINE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR DESTILLATIVEN AUFBEREITUNG VON TOLUYLENDIAMIN

(57) Abstract: The invention relates to a method for the distillative recovery of TDA from an educt flow containing TDA, high boilers, and low boilers in a partition column in which a partition is disposed in the longitudinal direction of the column so as to form a common upper column zone (2), a common bottom column zone (3), a feeding section (4) that encompasses a rectification section (5) and a stripping section (6), and a withdrawal section (7) encompassing a rectification section (9) and a stripping section (8). The inventive method comprises the following steps: A) the educt flow (13) is delivered to the feeding section (4) of the partition column (1); B) a low boiler fraction is discharged via the top (11) of the column; C) TDA is discharged via a lateral discharge point (14) located in the withdrawal section (7) of the partition column (1); D) a high boiler fraction is discharged via the bottom (12) of the column.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Aufbereitung von TDA aus einem TDA, Hochsieder und Leichtsieder enthaltenen Eduktstrom in einer Trennwandkolonne, in welcher eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung aus Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereiches (2), eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereiches (3), eines Zulaufteils (4) mit Verstärkungsteil (5) und Abtriebsteil (6) sowie eines Entnahmeteils (7) mit Verstärkungsteil (9) und Abtriebsteil (8) angeordnet ist. Das Verfahren umfasst folgende Schritte: A) Zufuhr des Eduktstroms (13) in den Zulaufteil (4) der Trennwandkolonne (1); B) Abziehen einer Leichtsiederfraktion über den Kolonnenkopf (11); C) Abziehen von TDA über einen Seitenabzug (14) im Entnahmeteil (7) der Trennwandkolonne (1); D) Abziehen einer Hochsiederfraktion über den Kolonnensumpf (12).

WO 2005/066113 A1

---

**Verfahren zur destillativen Aufbereitung von Toluylendiamin**

---

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Aufbereitung von Toluylendiamin aus einem Toluylendiamin enthaltenden Eduktstrom.

Toluylendiamin ist ein Zwischenprodukt bei der Herstellung von Toluylendiisocyanat. Dieses wird insbesondere als Monomer bei der Polyurethanherstellung verwendet. Weiterhin  
10 wird Toluylendiamin auch als Farbstoff zum Haare färben verwendet.

Bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren zur Reindestillation von Toluylendiamin (TDA) wird zunächst bei der Hydrierung von Dinitrotoluol anfallendes Roh-TDA einer Rektifikationskolonne zugeführt. In der Rektifikationskolonne werden die leicht siedenden Bestandteile über Kopf abgetrennt. Leicht siedende Bestandteile sind z.B. 3,4-TDA, ortho-Toluidin und Wasser. Dabei treten ortho-Toluidin und Wasser lediglich in Spuren auf.  
15 Das bei der Rektifikation anfallende Sumpfgemisch enthält insbesondere 2,4-TDA, 2,6-TDA und ein Oligomerengemisch, welches aus den im Sumpfgemisch enthaltenen TDA-Isomeren gebildet ist. Zur Abtrennung des Wertproduktes, enthaltend 2,4-TDA und 2,6-TDA, wird das Sumpfgemisch einem Dünnschichtverdampfer zugeführt. Im Dünnschichtverdampfer wird das Toluylen-Isomerengemisch abgetrennt. Ein solches Verfahren ist zum  
20 Beispiel in SRI-Report 1A, 1968, Seite 55 bis 65, beschrieben.

Eine weitere bekannte Möglichkeit, das TDA-Isomerengemisch aus dem Sumpfgemisch abzutrennen, ist der Einsatz einer zweiten Rektifikationskolonne. Hier wird das TDA-Isomerengemisch über Kopf abgezogen. Der verbleibende Sumpf, der vor allem das aus den TDA-Isomeren gebildete Oligomerengemisch und den Katalysator aus der Hydrierung enthält, wird einer geeigneten Entsorgung zugeführt.  
25

Ein Nachteil der aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren zur Reindestillation von TDA ist, dass zwei Apparate, zum Beispiel zwei Rektifikationskolonnen oder eine Rektifikationskolonne und ein Dünnschichtverdampfer, bereitgestellt werden müssen. Auch wird eine große Energiemenge zum Betrieb der Apparate benötigt.  
30

Aufgabe der Erfindung war es, ein verbessertes, insbesondere wirtschaftlicheres Verfahren zur Reindestillation von TDA aus einem bei der Hydrierung von Dinitrotoluol anfallenden, TDA enthaltenden Eduktstromes bereitzustellen.  
35

Die Lösung besteht in einem Verfahren zur Reindestillation von TDA aus einem TDA, Leichtsieder und Schwersieder enthaltenden Eduktstrom in einer Trennwandkolonne, in welcher eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereiches, eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereiches, eines Zulaufteils mit Verstärkungsteil und Abtriebsteil sowie eines Entnahmeteils mit Verstärkungsteil und Abtriebsteil angeordnet ist, welches folgende Schritte umfasst:

- A) Zufuhr des Eduktstroms in den Zulaufteil der Trennwandkolonne,
- B) Abziehen einer Leichtsiederfraktion über den Kolonnenkopf,
- 10 C) Abziehen von TDA über einen Seitenabzug im Entnahmeteil der Trennwandkolonne,
- D) Abziehen einer Schwersiederfraktion über den Kolonnensumpf.

Der der Trennwandkolonne zugeführte Eduktstrom enthält vorzugsweise 80 bis 98 % TDA, 5 bis 15 % Leichtsieder und 0,5 bis 6 % Schwersieder, weiter bevorzugt 85 bis 96 % TDA, 5,5 bis 8,5 % Leichtsieder und 0,5 bis 3 % Schwersieder und besonders bevorzugt 90 bis 94 % TDA, 6 bis 6,5 % Leichtsieder und 1 bis 1,8 % Schwersieder.

Darin bedeutet TDA ein Isomerengemisch aus im wesentlichen 2,4-TDA und 2,6-TDA. Bevorzugt enthält das TDA-Isomerengemisch 70 bis 90 % 2,4-TDA und 10 bis 30 % 2,6-TDA, weiter bevorzugt 75 bis 85 % 2,4-TDA und 15 bis 25 % 2,6-TDA. Besonders bevorzugt enthält das TDA-Isomerengemisch 78 bis 82 % 2,4-TDA und 18 bis 22 % 2,6-TDA.

Der Leichtsieder setzt sich im Wesentlichen zusammen aus Vicinalen, Wasser und ortho-Toluidin. Dabei enthält der Leichtsieder bevorzugt 90 bis 100 % Vicinale, 0 bis 10 % Wasser und 0 bis 5 % ortho-Toluidin, weiter bevorzugt 92 bis 100 % Vicinale, 0 bis 7 % Wasser und 0 bis 2 % ortho-Toluidin und insbesondere 95 bis 100 % Vicinale, 0 bis 5 % Wasser und 0 bis 1 % ortho-Toluidin.

Darin bedeutet Vicinale ein Gemisch aus 2,3-TDA und 3,4-TDA. Bevorzugt ist eine Zusammensetzung aus 20 bis 50 % 2,3-TDA und 50 bis 80 % 3,4-TDA, weiter bevorzugt sind 30 bis 45 % 2,3-TDA und 55 bis 70 % 3,4-TDA und besonders bevorzugt sind 35 bis 40 % 2,3-TDA und 60 bis 65 % 3,4-TDA.

Der Schwersieder setzt sich im Wesentlichen aus Oligomeren und Polymeren zusammen, die durch Reaktion der TDA-Isomere miteinander entstehen. Die Oligomere und Polymere

sind im Wesentlichen sekundäre bzw. tertiäre Amine. Die Oligomere und Polymere sind im wesentlichen Azo-, Azoxy- oder Hydrazin-Verbindungen.

5 Der Einsatz einer Trennwandkolonne ist zum Beispiel aus DE-A 101 00 552 für ein Verfahren zur destillativen Aufarbeitung von 1,6-Hexandiol, 1,5-Pentandiol und Caprolacton bekannt.

10 Eine Trennwandkolonne im Sinne der Erfindung ist eine Destillationskolonne mit mindestens einer senkrechten Trennwand, die in Teilbereichen eine Quervermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert. Die mindestens eine Trennwand unterteilt die Kolonne in Längsrichtung in deren mittleren Bereich in einen Zulaufteil und ein Entnahmeteil.

15 In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Trennwand als Blech aus einem metallischen Werkstoff gefertigt. Als metallische Werkstoffe eignen sich insbesondere eisenhaltige Stähle.

In einer weiteren Ausführungsform ist die Trennwand aus einem nicht-metallischen Werkstoff, zum Beispiel Keramik, gefertigt.

20 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind im gemeinsamen oberen Kolonnenbereich, im gemeinsamen unteren Kolonnenbereich, im Verstärkungsteil und Abtriebsteil des Zulaufteils sowie im Verstärkungsteil und Abtriebsteil des Entnahmeteils Einbauten angeordnet. Als Einbauten eignen sich zum Beispiel Kolonnenböden, Füllkörperschüttungen oder strukturierte Packungen.

25 Bevorzugte Einbauten sind strukturierte Packungen oder Füllkörper. Davon sind besonders bevorzugte Blechpackungen oder Gewebepackungen.

30 Bei allen Einbauten ist darauf zu achten, dass diese druckverlustarm sind. Bevorzugt ist ein Druckverlust von weniger als 0,15 bar, mehr bevorzugt von weniger als 0,1 bar und besonders bevorzugt von weniger als 0,05 bar.

Die Füllkörperschüttungen und geordneten Packungen weisen vorzugsweise eine spezifische Oberfläche von 125 bis 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, besonders bevorzugt von 200 bis 300 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> auf.

35 In einer bevorzugten Ausführungsform weist die Trennwandkolonne 20 bis 50, besonders bevorzugt 25 bis 35 theoretische Trennstufen auf.

Die Aufteilung der Trennstufenzahl auf die einzelnen Teilbereiche der Trennwandkolonne erfolgt bevorzugt in der Weise, dass der gemeinsame obere Kolonnenbereich, das Verstärkungsteil und Abtriebsteil des Zulaufteils sowie der Verstärkungsteil und Abtriebsteil des Entnahmeteils jeweils 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 40 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Trennwandkolonne aufweist. Der gemeinsame untere Kolonnenbereich weist bevorzugt 0 bis 30 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Trennwandkolonne auf, besonders bevorzugt ist der gemeinsame untere Kolonnenbereich der Kolonnensumpf.

In einer bevorzugten Ausführungsform erfolgt die Eduktzuführung über einen Seitenzulauf im Zulaufteil der Trennwandkolonne, welcher zwischen dem Zulaufteil und dem Verstärkungsteil angeordnet ist.

Zur Produktentnahme ist ein Seitenabzug im Entnahmeteil der Trennwandkolonne zwischen Abtriebsteil und Verstärkungsteil des Entnahmeteils angeordnet. Der Seitenabzug zur Produktentnahme ist dabei in einer Ausführungsform auf gleiche Höhe in der Trennwandkolonne angeordnet wie der Seitenzulauf zur Eduktzuführung.

In einer weiteren Ausführungsform ist der Seitenabzug zur Produktentnahme um 0 bis 20, bevorzugt um 5 bis 15 theoretische Trennstufen versetzt zum Seitenzulauf zur Eduktzuführung angeordnet.

In einer bevorzugten Verfahrensvariante ist die Flüssigkeitsverteilung in den einzelnen Teilbereichen der Trennwandkolonne jeweils getrennt einstellbar. Dadurch kann der gesamte Energiebedarf, der zur Auftrennung des Eduktstromes benötigt wird, minimiert werden.

Besonders vorteilhaft kann in den Teilbereichen des Zulaufteils der Trennwandkolonne die Flüssigkeit verstärkt im Wandbereich und in Teilbereichen der Trennwandkolonne reduziert im Wandbereich aufgegeben werden. Hierdurch werden unerwünschte Schleichströme vermieden und die erzielbaren Produkt-Endreinheiten gesteigert.

Die Trennwandkolonne kann in einen oder mehreren Teilbereichen mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückt sein.

Es ist möglich, die Trennwand in Form von lose gesteckten Teilsegmenten auszugestalten. Dies führt zur weiteren Kostensenkung bei der Herstellung und Montage der Trennwandkolonne.

Besonders vorteilhaft kann die lose Trennwand interne Mannlöcher oder herausnehmbare Segmente aufweisen, die es erlauben, innerhalb der Trennwandkolonne von einer Seite der Trennwand auf die andere Seite zu gelangen.

- 5 Insbesondere für den Fall, dass Packungen als trennwirksame Einbauten eingesetzt werden, kann in einer weiteren Ausführungsform die Trennwand mit einer thermischen Isolierung ausgestattet sein. Besonders günstig ist eine doppelwandige Ausführung mit dazwischenliegendem engem Gasraum.
- 10 In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Teil der über den Kolonnensumpf abgezogenen Schwersiederfraktion über einen Seitenzulauf im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich wieder der Trennwandkolonne zugeführt. Hierdurch wird gewährleistet, dass im Kolonnensumpf enthaltenes TDA erneut in die Trennwandkolonne gelangt und dort aus dem Kolonnensumpf verdampfen kann. Dies führt zu einer verbesserten Ausbeute an TDA, da
- 15 weniger Wertprodukt über den Kolonnensumpf abgezogen wird. Der Teil der Schwersiederfraktion, der nicht der Trennwandkolonne erneut zugeführt wird, wird aus dem Destillationsverfahren abgezogen und bevorzugt einer Rezyklierung zugeführt.

- In einer weiteren Verfahrensvariante wird ein Teil der über den Kolonnenkopf abgezogenen
- 20 Leichtsiederfraktion über einen Seitenzulauf im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich wieder der Trennwandkolonne zugeführt. Hierdurch wird eine weitere Abreicherung der Leichtsiederfraktion an TDA erreicht. Dies führt ebenso wie die Teilrückführung der über den Kolonnensumpf abgezogenen Schwersiederfraktion zu einer verbesserten Ausbeute am Wertprodukt TDA. Der nicht in die Trennwandkolonne zurückgeführte Teil der Leichtsiederfraktion wird aus dem Destillationsprozess abgezogen und vorzugsweise einer Rezyklierung zugeführt.
- 25

- In einer bevorzugten Verfahrensvariante wird die Destillation des TDAs bei einem Druck im Kolonnensumpf, der unterhalb dem Umgebungsdruck, bevorzugt unterhalb 0,2 bar und
- 30 insbesondere unterhalb 0,1 bar liegt, durchgeführt. Die Sumpftemperatur in der Trennwandkolonne liegt vorzugsweise unterhalb 250°C, mehr bevorzugt unterhalb 230°C und insbesondere unterhalb 220°C. Durch die Destillation bei einem Druck unterhalb des Umgebungsdruckes wird die Siedetemperatur des TDA gesenkt. Dies führt vorteilhafter Weise zu einer Einsparung an Heizenergie. Zudem wird hierdurch vermieden, dass das TDA zu Oligomeren oder Polymeren reagiert. Dies führt zu einer weiteren Verbesserung der Ausbeute an TDA bei der Reindestillation.
- 35

- Ein weiterer Vorteil des Einsatzes der Trennwandkolonne zur Reindestillation von TDA im Vergleich zu den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren liegt darin, dass in der Trennwandkolonne bei gleicher Ausbeute ein geringerer hold-up realisiert werden kann. Dies führt dazu, dass weniger TDA oligomerisiert sowie dass bei der Destillation weniger
- 5 TDA zu ortho-Toluidin reagiert. Hierdurch lässt sich mit der Trennwandkolonne eine größere Ausbeute an TDA erzielen als bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren.

Im Folgenden wird die Erfindung anhand einer Zeichnung näher beschrieben.

- 10 Darin zeigt die einzige Figur ein Verfahrensfließbild zur Reindestillation von TDA in einer Trennwandkolonne.

- Eine Trennwandkolonne zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Reindestillation von TDA umfasst einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich 2, einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich 3, einen Zulaufteil 4 und einen Entnahmeteil 7. Bei der in
- 15 der Figur dargestellten Ausführungsform ist der Zulaufteil 4 in einen Verstärkungsteil 5 und einen Abtriebsteil 6 aufgeteilt, der Entnahmeteil 7 in einen Abtriebsteil 8 und einen Verstärkungsteil 9. Innerhalb der Trennwandkolonne 1 sind der Zulaufteil 4 und der Entnahmeteil 7 durch eine Trennwand 10 getrennt.

20

Die Trennwand 10 ist vorzugsweise aus einem metallischen Werkstoff, insbesondere aus Edelstahl gefertigt. Neben metallischen Werkstoffen eignet sich jedoch auch Keramik zur Fertigung der Trennwand 10.

- 25 Zum Betrieb der Trennwandkolonne 1 wird im Zulaufteil 4 ein Eduktstrom 13 zugeführt. Der Zulauf des Eduktstromes 13 erfolgt vorzugsweise zwischen dem Verstärkungsteil 5 und dem Abtriebsteil 6 des Zulaufteils 4.

- Der Eduktstrom 13 fällt bei der Hydrierung von Dinitrotoluol an und enthält ein Isomeren-
- 30 gemisch aus im Wesentlichen 2,4-TDA und 2,6-TDA, Vicinale, ein aus TDA gebildetes Oligomerengemisch sowie ortho-Toluidin und Wasser.

- Zur verbesserten destillativen Auftrennung des Eduktstromes 13 sind im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich 2, im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich 3, im Verstärkungsteil
- 35 5 und Abtriebsteil 6 des Zulaufteils 4 sowie im Verstärkungsteil 9 und Abtriebsteil 8 des Entnahmeteils 7 Einbauten vorgesehen. Als Einbauten eignen sich zum Beispiel Böden, strukturierte Packungen oder Füllkörper.

Am Entnahmeteil 7 ist vorzugsweise zwischen dem Abtriebsteil 8 und dem Verstärkungsteil 9 ein Seitenabzug angeordnet, über welchen ein Produktstrom 14 abgezogen wird. Der Produktstrom 14 enthält ein Isomerengemisch aus im Wesentlichen 2,4-TDA und 2,6-TDA.

- 5 Der Seitenabzug für den Produktstrom 14 ist auf gleicher Höhe wie der Seitenzulauf für den Eduktstrom 13 oder vorzugsweise versetzt zur Höhe des Seitenzulaufs für den Eduktstrom 13 angeordnet.

- 10 Während der Destillation reichert sich im Sumpf 12 der Trennwandkolonne 1 die im Eduktstrom 13 enthaltenen Hochsieder an. Die im Eduktstrom 13 enthaltenen Schwersieder sind z.B. das aus TDA gebildete Oligomerengemisch.

- 15 Der Schwersieder wird als Sumpfstrom 15 aus dem Kolonnensumpf 12 abgezogen. Über eine erste Pumpe 17 wird ein Teilstrom 18 des Schwersieders vorzugsweise über einen Seitenzulauf dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich 3 erneut zugeführt. Der nicht erneut der Trennwandkolonne 1 zugeführte Anteil wird über einen Schwersiederabzug 16 aus dem Destillationsprozess entfernt.

- 20 Über den Kolonnenkopf 11 der Trennwandkolonne 1 wird ein Leichtsieder enthaltender Kopfstrom 19 abgezogen. Als Leichtsieder sind im Kopfstrom 19 insbesondere Vecinale, ortho-Toluidin und Wasser enthalten. Der Kopfstrom 19 wird einer Pumpe 20 zugeführt. Bei der in der Figur dargestellten Ausführungsform wird an der zweiten Pumpe 20 ein Gasstrom 23 aus dem Kopfstrom 19 abgezogen. Der restliche Kopfstrom 19 wird hinter der zweiten Pumpe 20 aufgeteilt. Ein Teilstrom 21 wird vorzugsweise über einen Seitenzulauf dem oberen gemeinsamen Kolonnenbereich 2 und damit erneut der Destillation zugeführt. 25 Der restliche Leichtsieder wird über einen Leichtsiederabzug 22 aus dem Destillationsprozess abgezogen.

### Beispiel

- 30 Einer Trennwandkolonne wird über einen Seitenzulauf ein bei der Hydrierung von Dinitro-  
luol anfallender Massenstrom von 5.000 kg/h zugeführt. Der Eduktstrom enthält 92,37  
Gew.-% TDA, 6,02 Gew.-% 3,4-TDA, 0,05 Gew.-% o-Toluidin, 0,13 Gew.-% Wasser und  
1,43 Gew.-% Schwersieder. Die Destillation wird bei einem Druck im Kolonnensumpf von  
35 0,07 bar und einer Sumpftemperatur von 215°C durchgeführt. Im Kolonnenkopf stellt sich  
ein Druck von 0,07 bar bei einer Temperatur von 140°C ein. Das 3,4-TDA, das o-Toluidin  
und das Wasser werden über den Kolonnenkopf abgezogen. Über den Seitenabzug im Ent-



nahmeteil werden 4.602 kg/h Produktstrom abgezogen. Der Produktstrom setzt sich zusammen aus 99,95 Gew.-% TDA-Isomerengemisch und 0,05 Gew.-% Leichtsieder. Das TDA-Isomerengemisch enthält 80 Gew.-% 2,4-TDA und 20 Gew.-% 2,6-TDA.

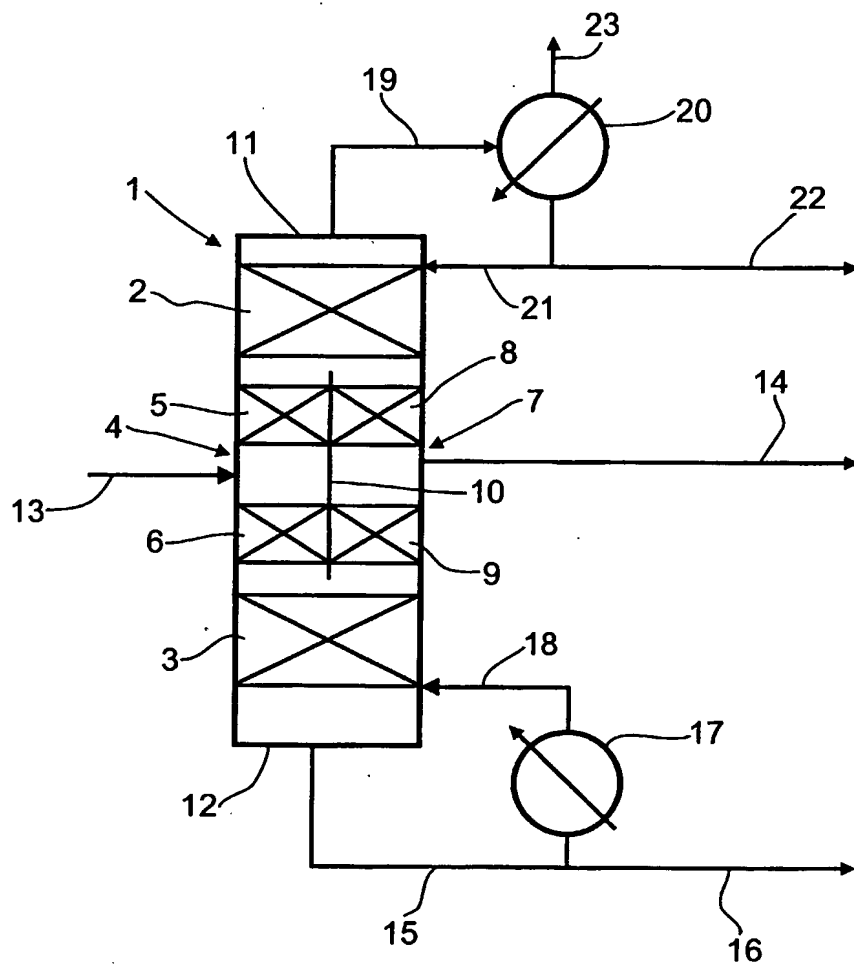
**Bezugszeichenliste**

	1	Trennwandkolonne
	2	obere gemeinsamer Kolonnenbereich
5	3	unterer gemeinsamer Kolonnenbereich
	4	Zulaufteil
	5	Verstärkungsteil
	6	Abtriebsteil
	7	Entnahmeteil
10	8	Abtriebsteil
	9	Verstärkungsteil
	10	Trennwand
	11	Kolonnenkopf
	12	Kolonnensumpf
15	13	Eduktstrom
	14	Produktstrom
	15	Sumpfstrom
	16	Schwersiederabzug
	17	erste Pumpe
20	18	Schwersiederteilstrom
	19	Kopfstrom
	20	zweite Pumpe
	21	Leichtsiederteilstrom
	22	Leichtsiederabzug
25	23	Gasstrom

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur destillativen Aufbereitung von TDA aus einem TDA, Schwersieder und  
Leichtsieder enthaltenden Eduktstrom in einer Trennwandkolonne, in welcher eine  
Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen  
Kolonnenbereiches (2), eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereiches (3), eines Zu-  
laufteils (4) mit Verstärkungsteil (5) und Abtriebsteil (6) sowie eines Entnahmeteils  
(7) mit Verstärkungsteil (9) und Abtriebsteil (8) angeordnet ist, welches folgende  
Schritte umfasst:
- A) Zufuhr des Eduktstroms (13) in den Zulaufteil (4) der Trennwandkolonne  
(1);  
B) Abziehen einer Leichtsiederfraktion über den Kolonnenkopf (11);  
C) Abziehen von TDA über einen Seitenabzug (14) im Entnahmeteil (7) der  
Trennwandkolonne (1);  
D) Abziehen einer Schwersiederfraktion über den Kolonnensumpf (12).
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teil der über den Ko-  
lonnensumpf (12) abgezogenen Schwersiederfraktion über einen Seitenzulauf im unte-  
ren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) wieder der Trennwandkolonne (1) zugeführt  
wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teil der über  
den Kolonnenkopf (11) abgezogenen Leichtsiederfraktion über einen Seitenzulauf im  
oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (2) wieder der Trennwandkolonne (1) zuge-  
führt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die E-  
duktzuführung und der Seitenabzug zur Produktentnahme auf gleicher Höhe in der  
Trennwandkolonne (1) angeordnet sind.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die E-  
duktzuführung und der Seitenabzug zur Produktentnahme in unterschiedlicher Höhe  
in der Trennwandkolonne (1) angeordnet sind.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Seitenabzug zur Produktentnahme um 5 bis 15 theoretische Trennstufen versetzt zur Eduktführung angeordnet ist.
- 5 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillation bei einem Druck im Kolonnensumpf von  $\leq 1$  bar durchgeführt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillation bei einem Druck im Kolonnensumpf von  $\leq 0,2$  bar durchgeführt wird.
- 10 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillation bei einem Druck im Kolonnensumpf von  $\leq 0,1$  bar durchgeführt wird.
- 15 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Sumpftemperatur unterhalb von  $250^{\circ}\text{C}$  liegt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Sumpftemperatur unterhalb  $230^{\circ}\text{C}$  liegt.
- 20 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Sumpftemperatur unterhalb  $220^{\circ}\text{C}$  liegt.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

National Application No

EP/EP2005/000081

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C07C209/84 C07C211/50

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 1 303 562 A (CENTRALA INDUSTRIALA DE INGRASAMINTE CHIMICE) 17 January 1973 (1973-01-17) page 1, line 50 - line 57 -----	1
A	WO 94/06752 A (BAYER AKTIENGESELLSCHAFT) 31 March 1994 (1994-03-31) page 1 - page 4 -----	1
A	DE 101 00 552 A1 (BASF AG) 11 July 2002 (2002-07-11) cited in the application abstract -----	1



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*&amp;\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 April 2005

Date of mailing of the international search report

04/05/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Fitz, W

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/000081

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1303562	A	17-01-1973	NONE	
WO 9406752	A	31-03-1994	DE 4230098 C1	03-06-1993
			CA 2142911 A1	31-03-1994
			DE 59307795 D1	15-01-1998
			WO 9406752 A1	31-03-1994
			EP 0659173 A1	28-06-1995
			ES 2109511 T3	16-01-1998
			JP 8501106 T	06-02-1996
			MX 9305506 A1	31-05-1994
DE 10100552	A1	11-07-2002	CA 2433073 A1	18-07-2002
			CN 1484627 A	24-03-2004
			WO 02055460 A1	18-07-2002
			EP 1351909 A1	15-10-2003
			JP 2004517136 T	10-06-2004
			US 2004040829 A1	04-03-2004